

## Metode uji standar kemampuan pemisahan air pada minyak petroleum dan fluida sintetik

### *Standard Test Method for Water Separability of Petroleum Oils and Synthetic Fluids*

(ASTM D1401–12, IDT)





© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



*"This Standard is identical to **ASTM D1401–12, Standard Test Method for Water Separability of Petroleum Oils and Synthetic Fluids**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.  
Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8248:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*



## Daftar isi

|  |    |
|--|----|
| Daftar isi.....  | i  |
| Prakata.....   | ii |
| 1 Ruang lingkup .....  | 1  |
| 2 Acuan normatif.....  | 2  |
| 3 Ringkasan metode uji .....   | 3  |
| 4 Arti dan kegunaan.....   | 3  |
| 5 Peralatan.....   | 3  |
| 6 Pereaksi .....   | 5  |
| 7 Pengambilan sampel .....   | 5  |
| 8 Persiapan peralatan.....   | 6  |
| 9 Prosedur .....   | 6  |
| 10 Pelaporan.....  | 8  |
| 11 Presisi dan bias.....   | 10 |
| Lampiran (informatif) X1. Metode pilihan penggunaan pewarna untuk membedakan minyak<br>lumas, air, dan lapisan emulsi..... | 12 |
| Ringkasan perubahan.....   | 13 |



## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8248:2016, *Metode uji standar kemampuan pemisahan air pada minyak petroleum dan fluida sintetik* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D1401 – 12, *Standard Test Method for Water Separability of Petroleum Oils and Synthetic Fluids*, dengan metode terjemahan.

SNI ini disusun untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 2-3 Desember 2014 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D1401-12 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.







## Metode uji standar kemampuan pemisahan air pada minyak petroleum dan fluida sintetik<sup>1</sup>

## Standard test method for water separability of petroleum oils and synthetic fluids<sup>1</sup>

### 1 Ruang lingkup\*

1.1 Metode uji ini mencakup pengukuran kemampuan pemisahan air pada minyak petroleum atau fluida sintetik. Meskipun dikembangkan khusus untuk minyak turbin uap yang mempunyai viskositas 28,8–90 mm<sup>2</sup>/detik pada 40 °C, metode uji ini dapat digunakan untuk minyak uji jenis lain yang mempunyai viskositas bervariasi dan juga fluida sintetik pada temperatur uji yang lain. Jika menguji produk yang lebih kental dari 90 mm<sup>2</sup>/detik pada 40 °C, direkomendasikan temperatur uji dinaikkan menjadi (82 ± 1) °C. Untuk minyak dengan viskositas lebih tinggi, yang antara minyak dengan airnya sulit bercampur maka direkomendasikan menggunakan metode uji D2711. Larutan 1% natrium klorida (NaCl) atau air laut sintetik dapat digunakan sebagai pengganti air suling ketika menguji minyak lumas atau bahan bakar tertentu yang digunakan dalam aplikasi *marine*.

1.2 Jika menguji fluida sintetik yang densitas relatifnya lebih besar daripada air, prosedur uji tidak berubah, tetapi harus dicatat bahwa kemungkinan air akan terapung di atas emulsi atau fluida.

1.3 Nilai-nilai dinyatakan dalam satuan SI yang disetujui sebagai standar. Tidak ada satuan lain dalam pengukuran disertakan dalam standar ini.

<sup>1</sup> Metode pengujian ini di bawah yurisdiksi ASTM Komite D02 pada Produk Petroleum dan Pelumas dan merupakan tanggung jawab langsung dari Sub-komite D02.C0.02 untuk Korosi dan Air / Pemisahan Air. Edisi saat disetujui 15 Mei 2012. Diterbitkan Agustus 2012. Edisi pertama disetujui pada tahun 1964. Edisi sebelumnya terakhir disetujui pada 2010 sebagai D1401-10. DOI: 10.1520/D1401-12.

\* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini.

### 1 Scope\*

1.1 This test method covers measurement of the ability of petroleum oils or synthetic fluids to separate from water. Although developed specifically for steam-turbine oils having viscosities of 28,8–90 mm<sup>2</sup>/s at 40 °C, this test method can be used to test oils of other types having various viscosities and synthetic fluids at other test temperatures. It is recommended, however, that the test temperature be raised to (82 ± 1) °C when testing products more viscous than 90 mm<sup>2</sup>/s at 40 °C. For higher viscosity oils where there is insufficient mixing of oil and water, Test Method D2711, is recommended. Other test temperatures such as 25°C can also be used. A 1% sodium chloride (NaCl) solution or synthetic seawater may be used in place of distilled water when testing certain oils or fuels used in marine applications.

1.2 When testing synthetic fluids whose relative densities are greater than that of water, the procedure is unchanged, but it should be noted that the water will probably float on the emulsion or liquid.

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. No other units of measurement are included in this standard.

1 This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.C0.02 on Corrosion and Water/Air Separability. Current edition approved May 15, 2012. Published August 2012. Originally approved in 1964. Last previous edition approved in 2010 as D1401-10. DOI: 10.1520/D1401-12.

\*A Summary of Changes section appears at the end of this standard.



1.4 Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan yang terkait dengan penggunaannya. Menjadi tanggung jawab pengguna standar ini untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan memastikan penerapan batas-batas peraturan sebelum digunakan. Untuk pernyataan bahaya khusus, lihat Pasal 6..

## 2 Acuan normatif

### 2.1 Standar ASTM:<sup>2</sup>

D665, *Test Method for Rust-Preventing Characteristics of Inhibited Mineral Oil in the Presence of Water*

D1141, *Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water*

D1193, *Specification for Reagent Water*

D2711, *Test Method for Demulsibility Characteristics of Lubricating Oils*

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

### 2.2 Standar ISO:<sup>3</sup>

BS EN ISO 3696:1995, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*

1.4 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. For specific precautionary statements, see Section 6.

## 2 Referenced documents

### 2.1 ASTM Standards:<sup>2</sup>

D665, *Test Method for Rust-Preventing Characteristics of Inhibited Mineral Oil in the Presence of Water*

D1141, *Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water*

D1193, *Specification for Reagent Water*

D2711, *Test Method for Demulsibility Characteristics of Lubricating Oils*

D4057, *Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*

### 2.2 ISO Standard :<sup>3</sup>

BS EN ISO 3696:1995, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*

<sup>2</sup> Untuk referensi standar ASTM , kunjungi website ASTM, [www.astm.org](http://www.astm.org), atau hubungi Customer Service di ASTM [service@astm.org](mailto:service@astm.org). Untuk informasi edisi Buku Tahunan Satandar ASTM, lihat Ringkasan halaman standar itu Dokumen di situs ASTM.

<sup>3</sup> Terdapat pada *International Organization for Standardization* (ISO), 1, ch. De la Voie-Creuse, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Swiss, <http://www.iso.ch>.

<sup>2</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

<sup>3</sup> Available from *International Organization for Standardization* (ISO), 1, ch. De la Voie-Creuse, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland, <http://www.iso.ch>.



### 3 Ringkasan metode uji

3.1 Spesimen uji yang terdiri dari 40 mL sampel dan 40 mL air distilasi, atau 1% larutan natrium klorida (NaCl) atau air laut sintetik yang diaduk selama 5 menit pada suhu 54 °C atau 82 °C dalam gelas ukur, tergantung pada kekentalan spesimen uji atau spesifikasi sampel. Waktu yang dibutuhkan untuk terjadinya pemisahan dari emulsi dicatat setiap 5 menit, atau pada batasan waktu yang spesifik. Jika pemisahan menyeluruh atau penurunan emulsi sebanyak 3 mL atau kurang tidak terjadi setelah 30 menit atau pada batasan waktu yang spesifik maka volume minyak (atau fluida), air, dan emulsi pada waktu tersebut dilaporkan.

### 4 Arti dan kegunaan

4.1 Metode uji ini sebagai panduan untuk menentukan karakteristik pemisahan air pada minyak yang dapat terkontaminasi air dan turbulensi. Metode uji ini digunakan untuk menentukan spesifikasi minyak baru dan untuk memantau minyak yang sedang digunakan.

### 5 Peralatan

5.1 Gelas ukur, 100 mL, berskala 5 mL sampai 100 mL dalam bagian per 1,0mL, terbuat dari gelas tahan panas, atau bahan kimia sejenis. Diameter dalam tidak kurang dari 27 mm dan tidak lebih dari 30 mm sepanjang gelas ukur, diukur dari atas sampai dengan 6 mm dari bagian bawah silinder. Tinggi silinder harus 225 sampai 260 mm. Skala gelas ukur mempunyai kesalahan tidak lebih dari 1 mL pada setiap titik skala.

5.2 Penangas panas, yang cukup besar dan dalam, agar dapat merendam sekurang-kurangnya dua gelas ukur uji di dalam fluida penangas sampai skala 85 mL. Penangas harus mampu mempertahankan temperatur uji  $\pm 1$  °C. Gelas ukur harus dilengkapi dengan klem untuk mempertahankan pada posisinya, sehingga axis longitudinal dari batang pengaduk sesuai dengan garis tengah

### 3 Summary of test method

3.1 A test specimen consisting of a 40-mL sample and a 40-mL quantity of distilled water, or 1% sodium chloride (NaCl) solution or synthetic seawater are stirred for 5 min in a graduated cylinder at 54 °C or 82 °C, depending upon the viscosity of the test specimen or sample specification. The time required for the separation of the emulsion thus formed is recorded either after every 5 min or at the specification time limit. If complete separation or emulsion reduction to 3 mL or less does not occur after standing for 30 min or some other specification time limit, the volumes of oil (or fluid), water, and emulsion remaining at the time are reported.

### 4 Significance and use

4.1 This test method provides a guide for determining the water separation characteristics of oils subject to water contamination and turbulence. It is used for specification of new oils and monitoring of in-service oils.

### 5 Apparatus

5.1 Cylinder, 100-mL, graduated from 5 to 100 mL in 1,0-mL divisions, made of glass, heat-resistant glass, or a chemical equivalent. The inside diameter shall be no less than 27 mm and no more than 30 mm throughout its length, measured from the top to a point 6 mm from the bottom of the cylinder. The overall height of the cylinder shall be 225 to 260 mm. The graduation shall not be in error by more than 1 mL at any point on the scale.

5.2 Heating bath, sufficiently large and deep to permit the immersion of at least two test cylinders in the bath liquid up to their 85-mL graduations. The bath shall be capable of being maintained at a test temperature to within  $\pm 1$  °C. The cylinder shall be secured in a position so that the longitudinal axis of the paddle corresponds to the vertical center line of the cylinder during the stirring operation. It is recommended that the bath



vertikal dari gelas ukur selama operasi pengadukan. Disarankan menggunakan penangas yang dibuat dengan setidaknya satu sisi transparan yang memungkinkan untuk melakukan inspeksi pengamatan secara jelas pada minyak (cairan), volume air, dan lapisan emulsi ketika gelas ukur tetap tenggelam di dalam penangas.

5.3 Pengaduk, terbuat dari lapisan krom atau *stainless steel* dan sesuai dengan dimensi :

|  |                |
|--|----------------|
| Panjang, mm                            | $120 \pm 1,5$  |
| Lebar, mm                              | $19 \pm 0,5$   |
| Tebal, mm                              | $1,5 \pm 0,15$ |
| Radius kelengkungan sudut pengaduk, mm | 1,6 max        |

Dipasang pada suatu poros vertikal dari logam yang sama, diameter sekitar 6 mm ( $\frac{1}{4}$  inci), dihubungkan ke motor listrik yang memutar pengaduk pada axis longitudinal ( $1\ 500 \pm 15$ ) rpm. Peralatan dirancang sedemikian rupa sehingga jika gelas ukur diklem pada posisinya dan pengaduk diturunkan ke dalam gelas ukur, sebuah pembatas akan menahan pengaduk pada saat bagian bawah pengaduk berada 6 mm dari bagian bawah gelas ukur. Selama pengadukan, garis tengah dari sisi bawah pengaduk tidak boleh menyimpang 1 mm lebih dari axis perputaran. Jika tidak beroperasi, rangkaian batang pengaduk dapat diangkat secara vertikal untuk membersihkan gelas ukur. (**Peringatan**—Batang pengaduk mungkin sangat tajam. Gunakan dengan hati-hati.) (**Peringatan**—Perisai pelindung dapat digunakan untuk menutupi poros berputar dari pengaduk.)

5.4 Spatula atau wiper, dengan atau tanpa dukungan *inert rod*, terdiri dari bahan seperti karet, yang tahan terhadap minyak atau fluida.

be constructed with at least one transparent side that allows for clear visual inspection of the oil (fluid), water, and emulsion layer volumes while the cylinder remains immersed in the bath.

5.3 Stirring paddle, made of chromium-plated or stainless steel and conforming to the following dimensions:

|   |                |
|---|----------------|
| Length, mm                                | $120 \pm 1,5$  |
| Width, mm                                 | $19 \pm 0,5$   |
| Thickness, mm                             | $1,5 \pm 0,15$ |
| Radius of curvature of paddle corners, mm | 1,6 max        |

It is mounted on a vertical shaft of similar metal, approximately 6 mm ( $\frac{1}{4}$  in.) in diameter, connected to a drive mechanism which rotates the paddle on its longitudinal axis at ( $1\ 500 \pm 15$ ) rpm. The apparatus is of such design that, when the cylinder is clamped in position and the paddle assembly is lowered into the cylinder, a positive stop engages and holds the assembly when the lower edge of the paddle is 6 mm from the bottom of the cylinder. During the operation of the stirrer, the center of the bottom edge of the paddle shall not deviate more than 1 mm from the axis of rotation. When not in operation, the paddle assembly can be lifted vertically to clear the top of the graduated cylinder. (**Warning**—Paddle edges may be very sharp. Handle with care.) (**Warning**—A protective shield may be used to cover the rotating shaft of the stirrer.)

5.4 Spatula or Wiper, with or without inert rod support, composed of a material such as rubber, that is resistant to the oil or fluid.



## 6 Pereaksi

6.1 Kemurnian pereaksi – Bahan kimia *grade* pereaksi harus digunakan pada setiap pengujian. Kecuali dengan persetujuan, semua pereaksi harus sesuai dengan spesifikasi dari *Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society* dimana spesifikasi tersebut tersedia.<sup>4</sup> *Grade* lain boleh digunakan dengan catatan pereaksi tersebut mempunyai kemurnian tinggi, sehingga tidak mengganggu hasil uji.

6.2 Air pereaksi – Kecuali ada ketentuan lain, air pereaksi harus mengacu pada air suling, air deionisasi seperti yang didefinisikan sebagai air Tipe I atau Tipe II pada Spesifikasi D1193 atau *Grade* 3 pada BS EN ISO 3696:1995

6.3 Aseton, (**Peringatan** – beracun, mudah menyala)

6.4 Toluena (**Peringatan**-Mudah terbakar) Pelarut lain dengan kemampuan pembersihan dan karakteristik kelarutan yang sama bisa menggantikan toluena.

6.5 Deterjen, bebas pembilasan, deterjen anionik dengan pH 9,5 -11.

## 6 Reagents

6.1 Purity of reagents—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.<sup>4</sup> Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

6.2 Reagent water—Unless otherwise indicated, reference to water shall be understood to mean distilled, deionized water as defined by Type I or Type II in Specification D1193 or Grade 3 in BS EN ISO 3696:1995

6.3 *Acetone*, (**Warning**—Health hazard, Flammable.)

6.4 *Toluene*, (**Warning**—Flammable.) Solvents with similar cleaning and solvency characteristics may be substituted for toluene.

6.5 Detergent, free rinsing, anionic detergent with a pH of 9,5 to 11.

## 7 Pengambilan sampel

7.1 Pengujian ini adalah sangat peka terhadap kontaminasi. Ambil sampel sesuai tatacara D4057.

## 7 Sampling

7.1 The test is very sensitive to small amounts of contamination. Take samples in accordance with Practice D4057.

<sup>4</sup> Pereaksi Kimia, *American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. Untuk Saran pada pereaksi untuk pengujian tidak terdaftar oleh American Chemical Society, lihat Annual Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

<sup>4</sup> Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For Suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see Annual Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.



## 8 Persiapan peralatan

8.1 Bersihkan gelas ukur dari lapisan minyak (atau cairan) dengan membilas secara menyeluruh menggunakan toluen atau pelarut, lalu dengan pembersihan dan karakteristik pelarut yang sama seperti sebelumnya menggunakan aseton dan kemudian dengan air kran. Bersihkan gelas dengan deterjen yang cocok (lihat subpasal 6.5). Bilas dengan air keran. Rendam gelas ukur dalam deterjen selama setidaknya 24 jam. Bilas dengan air kran dan kemudian dengan air pereaksi.

8.1.1 Periksa kebersihan peralatan gelas dengan menambahkan air pereaksi ke dalam gelas ukur kemudian dibalik untuk membuang air. Jika air mengalir dengan lancar dan tidak ada sisa tetesan air lagi, gelas dinyatakan bersih dan dapat digunakan. Jika diperlukan dapat dilakukan perendaman dalam larutan dengan keasaman rendah.

**CATATAN 1** Alternatif lain, peralatan gelas yang baru dapat digunakan, asalkan telah dibilas dengan air pereaksi dan memenuhi kebersihan seperti didefinisikan dan dijelaskan pada 8.1.1.

8.2 Bersihkan batang pengaduk dan poros dengan kapas atau tisu yang dibasahi dengan pelarut pembersih dan keringkan di udara. Hati-hati selama pembersihan agar rangkaian pengaduk tidak bengkok atau *misalign*.

## 9 Prosedur

9.1 Panaskan penangas pada  $(54 \pm 1) ^\circ\text{C}$ ,  $(82 \pm 1) ^\circ\text{C}$  atau temperatur uji tertentu dan pertahankan temperatur tersebut selama pengujian. Tuang air pereaksi ke dalam gelas ukur sebanyak 40 mL pada temperatur uji. Biasanya air pada temperatur kamar akan mengembang dari 39,5 mL menjadi 40 mL setelah gelas ukur ditempatkan dalam penangas  $54 ^\circ\text{C}$ ; jika pemanasan sampel pada  $82 ^\circ\text{C}$  isi gelas ukur 39 mL. Miringkan sampel beberapa kali dalam wadah aslinya. Jangan tuang, kocok atau aduk sampel melebihi dari yang diperlukan untuk mencegah adanya udara

## 8 Preparation of apparatus

8.1 Clean the graduated cylinder by removing any film of oil (or fluid) with a thorough rinsing with toluene or solvent with similar cleaning and solvency characteristics followed by a wash first with acetone and then with tap water. Clean the glassware with a suitable detergent (6.5). Rinse with tap water. Soak the cylinder in the detergent for at least 24 h. Rinse thoroughly with tap water and then with reagent water.

8.1.1 Check the glassware for cleanliness by adding reagent water to the cylinder and inverting it to drain the water. If the water drains with a smooth sheeting action and leaves behind no droplets, the glassware is clean for use. An additional soak in a mildly acidic solution may be necessary.

**NOTE 1** Alternately, new glassware may be used, provided that they are thoroughly rinsed with reagent water and meet the cleanliness defined by the sheeting action as described in 8.1.1.

8.2 Clean the stirring paddle and shaft with absorbent cotton or tissue wet with cleaning solvent and air dry. Care must be taken not to bend or misalign the paddle assembly during the cleaning operation.

## 9 Procedure

9.1 Heat the bath liquid to  $(54 \pm 1) ^\circ\text{C}$ ,  $(82 \pm 1) ^\circ\text{C}$  or specified test temperature and maintain it at that temperature throughout the test. Add reagent water to the graduated cylinder up to the 40-mL mark when at test temperature. Typically 39,5 mL of water at room temperature will expand to the 40-mL mark once the cylinder is placed in the bath at  $54 ^\circ\text{C}$ ; 39 mL if heating the sample to  $82 ^\circ\text{C}$ . Invert the sample several times in the original container. Do not pour, shake, or stir samples to any greater extent than necessary to prevent air entrainment. Pour the oil (or fluid) under test into the same cylinder until the top level of the oil reaches



yang terperangkap. Tuangkan minyak (atau fluida) yang diuji ke dalam gelas ukur yang sama sebanyak 80 mL pada temperatur uji.

9.2 Jika pengukuran volumetrik awal dilakukan pada temperatur ruang, ekspansi yang terjadi pada kenaikan temperatur uji perlu dipertimbangkan. Misalnya, akan terjadi ekspansi volumetrik total sekitar 2 sampai 3 mL pada 82 °C. Koreksi setiap pembacaan volume pada 82 °C harus dibuat sehingga volume total dari minyak, air, dan emulsi tidak melebihi 80 mL. Prosedur alternatif untuk mencegah koreksi tersebut, dengan melakukan pengukuran volumetrik awal pada temperatur uji.

9.3 Larutan 1% natrium klorida (NaCl) atau air laut sintetik, seperti dijelaskan pada tata cara D1141 atau metode uji D665, dapat digunakan sebagai pengganti air distilasi ketika menguji beberapa minyak atau bahan bakar *marine*.

9.4 Kunci dengan aman gelas ukur pada tempatnya tepat di bawah batang pengaduk. Turunkan pengaduk ke dalam gelas ukur sampai pembatas pada kedalaman yang ditentukan. Nyalakan pengaduk dan *stopwatch* serta atur pengaduk jika diperlukan, pada kecepatan  $(1\ 500 \pm 15)$  rpm. Setelah 5 menit, matikan pengaduk dan angkat rangkaian pengaduk dari gelas ukur. Sapu pengaduk dengan *spatula* atau *wiper* agar fluida yang melekat pada pengaduk mengalir kembali ke dalam gelas ukur. Pada setiap interval 5 menit, atau pada interval waktu yang ditentukan, tergantung dari tipe penangas yang digunakan, angkat gelas ukur keluar dari penangas atau periksa sampel melalui panel kaca pada penangas, dan catat volume minyak (atau fluida), air, dan lapisan emulsi. Jika diperlukan, penerangan tambahan, seperti *backlight* atau *flood light* dalam ruangan, dapat digunakan untuk membantu analisis dalam pemeriksaan sampel.

9.5 Beberapa sampel dapat ditempatkan dalam penangas pada awal analisis pertama. Ketika sampel pertama sedang diamati, sampel lainnya dapat diaduk. Tidak

the 80-mL mark on the cylinder when at test temperature.

9.2 If initial volumetric measurements are made at room temperature, expansion occurring at the elevated test temperature will have to be considered. For example, there will be a total volumetric expansion of about 2 to 3 mL at 82 °C. Corrections to each volume reading at 82 °C, therefore, should be made so that the total of the volume readings made for oils (or fluid), water, and emulsion does not exceed 80 mL. An alternative procedure which would avoid the corrections is to make the initial volumetric measurements at the test temperature.

9.3 A 1 % sodium chloride (NaCl) solution or synthetic sea water, as described in Practice D1141 or Test Method D665, can be used in place of distilled water when testing certain oils or fuels used in marine applications.

9.4 Secure the cylinder in place directly under the stirring paddle. Lower the paddle into the cylinder until the stop engages at the required depth. Start the stirrer and a stop watch simultaneously and adjust the stirrer, as required, to a speed of  $(1\ 500 \pm 15)$  rpm. At the end of 5 min, stop the stirrer and raise the stirring assembly until it is just clear of the graduate. Wipe the paddle with a spatula or wiper, allowing the liquid thus removed to drop back into the cylinder. At 5-min intervals, or at the specification time limit identified for the product being tested, depending on type of heating bath utilized, lift the cylinder out of the bath or inspect the sample through the glass panel of the heating bath, and record the volumes of the oil (or fluid), water, and emulsion layers. If necessary, additional lighting, such as a backlight or an indoor flood light, may be used to aid the analyst in the inspection of the sample.

9.5 Several samples may be placed in the bath at the beginning of the first analysis. While the first sample is being observed, additional samples may be stirred. At no



diperbolehkan penambahan sampel selama pengamatan dalam penangas panas.

## 10 Pelaporan

10.1 Pencatatan pengukuran pada interval 5 menit – Laporkan informasi berikut :

- (1) Jenis air yang digunakan.
- (2) Temperatur uji.
- (3) Waktu, dalam menit, untuk mencapai emulsi 3 mL atau kurang.
- (4) Waktu, dalam menit, untuk mencapai 37 mL air.
- (5) Waktu, dalam menit, untuk mencapai 0 mL emulsi, 40 mL minyak, dan 40 mL air.

10.1.1 Selain melaporkan waktu, laporkan volume setiap lapisan dalam mililiter. Untuk semua kasus, laporkan hasil sebagai berikut:

mL minyak - mL air - mL emulsi (waktu, menit) (1)

Pengujian dapat dihentikan setelah 30 menit untuk 54 °C dan 60 menit untuk 82 °C.

10.1.2 Ketika metode uji digunakan untuk menentukan bahwa sampel memenuhi spesifikasi, laporkan temperatur uji. Laporkan waktu uji bila :

(1) Produk yang diuji memenuhi syarat pemisahan terhadap air, atau

(2) Batas uji untuk pemisahan air telah terlampaui (biasanya 3 mL emulsi atau kurang dari 30 menit untuk 54 °C dan 60 menit untuk 82 °C).

Selain melaporkan waktu, laporkan volume setiap lapisan dalam mililiter. Dalam kedua kasus tersebut, laporkan hasilnya sebagai berikut:

mL minyak - mL air - mL emulsi ~ (waktu, menit) (2)

10.1.3 Beberapa sampel dapat menghasilkan lapisan minyak keruh tanpa lapisan emulsi. Jika keadaannya di mana lapisan air  $\geq 37$  mL, laporkan lapisan atas sebagai lapisan minyak. Jika ada dua lapisan, dan lapisan air  $< 37$  mL, dimana lapisan atas  $> 43$  mL, maka

time during a sample inspection shall an additional sample be added to the heating bath.

## 10 Report

10.1 *Recording Measurements at 5-min Intervals*—Report the following information:

- (1) Type of water used.
- (2) Test temperature.
- (3) Time, in minutes, to reach 3 mL or less of emulsion.
- (4) Time, in minutes, to reach 37 mL of water.
- (5) Time, in minutes, to reach a complete break of 0 mL emulsion, 40 mL of oil, and 40 mL of water.

10.1.1 In addition to reporting the time, report the volume of each layer in millilitres. In all cases, report results as follows:

mL oil – mL water – mL emulsion (time, min) (1)

The test may be aborted after 30 min when testing at 54 °C and 60 min at 82 °C.

10.1.2 When the test method is performed to determine if the sample meets a specification, report the test temperature. Report the time when either:

(1) The product passes the product separability requirements against which it is being tested, or

(2) The test limit for water separability is exceeded (usually 3-mL emulsion or less for 30 min at 54 °C and 60 min at 82 °C).

In addition to reporting the time, report the volume of each layer in millilitres. In both cases, report results as follows:

mL oil – mL water – mL emulsion (time, min) (2)

10.1.3 Some samples may produce a hazy oil layer without an emulsion layer. In situations where the water layer is  $\geq 37$  mL, report the upper layer as the oil layer. If there are two layers, and the water layer is  $< 37$  mL, that is, the upper layer is  $> 43$  mL, report the upper layer as the emulsion layer.



laporkan lapisan atas sebagai lapisan emulsi.

10.2. Untuk keseragaman, laporkan hasil uji seperti contoh yang ditunjukkan pada subpasal 10.1.

**40-40-0 (20)** Pemisahan sempurna terjadi dalam 20 menit. Emulsi yang tersisa lebih dari 3 mL pada 15 menit.

**39-38-3 (20)** Pemisahan sempurna tidak terjadi, tetapi emulsi berkurang sampai 3 mL ketika pengujian telah dihentikan.

**39-35-6 (60)** Lebih dari 3 mL emulsi tersisa setelah 60 menit – 39 mL minyak, 35 mL air, dan 6 mL emulsi.

**41-37-2 (20)** Pemisahan sempurna tidak terjadi tetapi lapisan emulsi berkurang menjadi 3 mL atau lebih kecil setelah 20 menit.

**43-37-0 (30)** Lapisan emulsi berkurang menjadi 3 mL atau lebih kecil setelah 30 menit. Lapisan emulsi pada 25 menit melampaui 3 mL, misalnya, 0-36-44 atau 43-33-4.

10.3 Tampilan dari tiap lapisan dapat dijelaskan dengan istilah berikut :

10.3.1 Lapisan minyak (atau kaya minyak).

10.3.1.1 Jernih

10.3.1.2 Kabut (Catatan 2)

10.3.1.3 Keruh (atau susu) (Catatan 2)

10.3.1.4 Kombinasi dari 10.3.1.1 – 10.3.1.3 .

10.3.2 Air atau lapisan kaya air.

10.3.2.1 Jernih

10.3.2.2 Agak keruh atau terdapat gelembung, atau keduanya.

10.3.2.3 Keruh (Catatan 2).

10.3.2.4 Berkabut (atau susu) (Catatan 2).

10.3.2.5 Kombinasi dari 10.3.2.1 – 10.3.2.4,

10.3.3 Emulsi:

10.3.3.1 Bebas minyak dan agak keruh.

10.3.3.2 Berkabut (atau susu) (Catatan 3).

10.3.3.3 Seperti krim (mayonaise) (Catatan 8).

10.3.3.4 Kombinasi dari 10.3.3.1 – 10.3.3.3.

**CATATAN 2** Lapisan kabut adalah lapisan dapat tembus cahaya dan lapisan keruh adalah

10.2. For uniformity, test results may be reported in the manner shown in the examples provided in 10.1.

**40-40-0 (20)** Complete separation occurred in 20 min. More than 3 mL of emulsion had remained at 15 min.

**39-38-3 (20)** Complete separation had not occurred, but the emulsion reduced to 3 mL so the test was ended.

**39-35-6 (60)** More than 3 mL of emulsion remained after 60 min—39 mL of oil, 35 mL of water, and 6 mL of emulsion.

**41-37-2 (20)** Complete separation had not occurred but the emulsion layer reduced to 3 mL or less after 20 min.

**43-37-0 (30)** The emulsion layer reduced to 3 mL or less after 30 min. The emulsion layer at 25 min exceeded 3 mL, for example, 0-36-44 or 43-33-4.

10.3 The appearance of each layer may be described in the following terms:

10.3.1 *Oil (or Oil Rich) Layer:*

10.3.1.1 Clear.

10.3.1.2 Hazy (Note 2).

10.3.1.3 Cloudy (or milky) (Note 2).

10.3.1.4 Combinations of 10.3.1.1 – 10.3.1.3.

10.3.2 *Water or Water-Rich Layer:*

10.3.2.1 Clear.

10.3.2.2 Lacy or bubbles present, or both.

10.3.2.3 Hazy (Note 2).

10.3.2.4 Cloudy (or milky) (Note 2).

10.3.2.5 Combinations of 10.3.2.1-10.3.2.4.

10.3.3 *Emulsion:*

10.3.3.1 Loose and lacy.

10.3.3.2 Cloudy (or milky) (Note 3).

10.3.3.3 Creamy (like mayonnaise) (Note 8).

10.3.3.4 Combinations of 10.3.3.1-10.3.3.3.

**NOTE 2** A hazy layer is defined as being translucent and a cloudy layer opaque.



lapisan tidak tembus cahaya.

**CATATAN 3** secara prinsip perbedaan antara emulsi keruh dan krim adalah: keruh adalah fluida diam dan kurang stabil, sedangkan krim mempunyai kekentalan yang tinggi dan stabil. Emulsi yang keruh akan mudah mengalir jika gelas ukur dimiringkan sedangkan emulsi krim tidak mudah mengalir.

10.4 Tampilan antarmuka (pembatas) emulsi minyak dan emulsi air dapat dijelaskan sebagai berikut:

10.4.1 sangat jelas, tajam.

10.4.2 III- jelas, bergelembung.

10.4.3 III- jelas, agak keruh.

10.5 Laporkan temperatur uji jika digunakan temperatur lain dari 54 °C, dan media cair lain jika bukan air distilasi.

## 11 Presisi dan bias<sup>5</sup>

11.1 Presisi – Sebuah studi antar laboratorium yang dilakukan pada tahun 2008 oleh tiga belas laboratorium (9 menggunakan penangas gelas dan 4 menggunakan penangas logam). Pada suhu 54 °C, sampel yang digunakan: Minyak Lumas Turbin, Minyak Lumas Turbin Mineral ISO 32, Minyak Lumas Dasar 150 N (dalam duplo), Minyak Lumas Sirkulasi Mineral ISO 32, Minyak Lumas Roda Gigi Sintetik ISO 32, Minyak Lumas Industri ISO 68, Minyak Lumas Industri ISO 68, Minyak Lumas Compressor Sintetik ISO 46, Minyak Lumas *multi-Purpose* ISO 32. Pada suhu 84 °C, sampel yang digunakan: Minyak Lumas Dasar 600 NS, Minyak Lumas Roda Gigi Sintetik ISO 320 (dalam duplo), *Paper Machine Oil* Sintetik ISO 220, Minyak Lumas Industri ISO 100, minyak lumas hidrolik ISO 150, Minyak Lumas Kompresor Sintetik ISO 100, Minyak Lumas Multi-Purpose ISO 100, Minyak Lumas Sirkulasi. Sampel minyak lumas mineral adalah Minyak Lumas Dasar Group I atau Group II.

<sup>5</sup> Data pendukung telah dibukukan di ASTM International Headquarters dan dapat diperoleh dengan meminta Laporan Penelitian RR: D02-1665.

**NOTE 3** The principal difference between cloudy and creamy emulsions is that the former is quite fluid and probably unstable while the latter has a thick consistency and is probably stable. A cloudy emulsion will readily flow from an inclined graduate while a creamy emulsion will not.

10.4 The appearance of the oil / emulsion and water/ emulsion interfaces may be described in the following terms:

10.4.1 Well-defined, sharp.

10.4.2 Ill-defined, bubbles.

10.4.3 Ill-defined, lace.

10.5 Report the test temperature if other than 54 °C and the aqueous medium if other than distilled water.

## 11 Precision and bias<sup>5</sup>

11.1 *Precision*—An interlaboratory study performed in 2008 by 13 laboratories (9 using glass baths and 4 using metal baths). At 54 °C, the following samples were included: Turbine Oil, Mineral Turbine Oil ISO 32, 150 N Base oil (in duplicate), Mineral Circulating Oil ISO 32, Synthetic Gear Oil ISO 32, Industrial Oil ISO 68, Industrial Oil ISO 68, Synthetic Compressor ISO 46, Multi-Purpose Oil ISO 32. At 84 °C, the following samples were included: 600 NS Base oil, Synthetic Gear Oil ISO 320 (in duplicate), Synthetic Paper Machine Oil ISO 220, Industrial Oil ISO 100, Hydraulic oil ISO 150, Synthetic Compressor ISO 100, Multi-Purpose Oil ISO 100, Circulating Oil, Circulating Oil. The mineral oil samples were Group I or Group II based.

<sup>5</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1665.



Sampel minyak lumas sintetik terutama PAO dan mungkin mengandung minyak lumas dasar Group V, namun tidak ada rincian spesifik dari campuran minyak lumas dasar pendamping lainnya. Presisi ini adalah untuk menentukan waktu dalam menit sampai 3 mL emulsi atau 37 mL air.

The synthetic samples were primarily PAO based but may have contained some amount of a Group V oil, however no specific details on any co-base oil was disclosed. This precision is for the determination of the time in minutes to 3 mL of emulsion or 37 mL of water.

**11.1.1 Repeatability**—Perbedaan antara hasil uji yang berturut-turut diperoleh dengan operator yang sama menggunakan peralatan yang sama dan di bawah kondisi operasi konstan pada materi uji yang identik, dalam jangka panjang, dalam operasi normal dan sesuai dengan metode pengujian, akan melampaui nilai berikut hanya dalam satu kasus dalam dua puluh kasus.

**11.1.1 Repeatability**—The difference between successive test results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty.

|            |          |
|------------|----------|
| pada 54 °C | 15 menit |
| pada 82 °C | 10 menit |

|          |        |
|----------|--------|
| at 54 °C | 15 min |
| at 82 °C | 10 min |

**11.1.2 Reproducibility**—Perbedaan antara dua hasil tunggal dan independen diperoleh dengan operator yang berbeda yang bekerja di laboratorium yang berbeda pada materi tes yang identik, dalam jangka panjang, dalam operasi normal dan sesuai dengan metode pengujian, akan melampaui nilai berikut hanya dalam satu kasus dalam dua puluh kasus.

**11.1.2 Reproducibility**—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in twenty:

|            |          |
|------------|----------|
| pada 54 °C | 20 menit |
| pada 82 °C | 25 menit |

|          |        |
|----------|--------|
| at 54 °C | 20 min |
| at 82 °C | 25 min |

**11.2 Bias** – Prosedur dari metode uji ini untuk mengukur kemampuan pemisahan air, tidak mempunyai bias karena nilai untuk pemisahan air hanya ditentukan oleh metode uji ini.

**11.2 Bias**—The procedure in this test method for measuring water separability has no bias because the value for water separability is defined only in terms of the test method.

## 12 Kata kunci

## 12 Keywords

12.1 emulsi; minyak petroleum; minyak turbin uap; fluida sintetik; kemampuan pemisahan air.

12.1 emulsion; petroleum oils; steam-turbine oils; synthetic fluids; water separability.



## Lampiran (informatif)

### X1. Metode pilihan penggunaan pewarna untuk membedakan minyak lumas, air, dan lapisan emulsi

#### X1.1 Lingkup

X1.1.1 Prosedur pilihan ini menjelaskan metode untuk penggunaan pewarna dalam Metode Uji D1401 untuk membantu membedakan minyak lumas, air, dan lapisan emulsi. Modifikasi dengan metode terbaru sebagai berikut.

#### X1.2 Ringkasan metode

X1.2.1 Pilihan, tambahkan satu atau dua tetes pewarna merah yang dapat larut dengan minyak lumas di atas lapisan minyak lumas. Lanjutkan sesuai prosedur. Lapisan minyak lumas akan menjadi merah, lapisan emulsi akan menjadi merah muda, dan lapisan air akan menjadi jernih. Laporkan sesuai prosedur.

#### X1.3 Peralatan

X1.3.1 Pipet tetes yang terbuat dari polietilena atau kaca dengan ukuran ujung pipet yang biasa atau lebih kecil—digunakan untuk penambahan pewarna.

#### X1.4 Pereaksi

X1.4.1 Pewarna<sup>6</sup>—2,5% pewarna merah yang larut dalam minyak lumas cair (42% "C.I. solvent red 164" dalam 58% hidrokarbon petroleum) dilarutkan dalam 97,5% minyak lumas dasar 110N tanpa aditif.

<sup>6</sup> Sumber pasokan pewarna *pre-blended* diketahui panitia saat ini adalah merek dagang dan kode UNISOL Liquid RED2640, United Color Manufacturing, Inc., 660 Newtown Yardley Rd., # 205, Newtown, PA 18940, [www.unitedcolor.com](http://www.unitedcolor.com). Jika anda mempunyai pemasok alternatif, silakan memberikan informasi ini kepada ASTM International Headquarters. Komentar Anda akan menjadi pertimbangan pada pertemuan penanggung jawab komite teknis,<sup>1</sup> yang mungkin dapat Anda hadiri.

## Appendix

(Nonmandatory Information)

### X1. Optional method using dye to differentiate oil, water, and emulsion layers

#### X1.1 Scope

X1.1.1 This optional procedure describes a method to use a dye in Test Method D1401 testing to help differentiate the oil, water, and emulsion layers. The modifications to the most current method follow.

#### X1.2 Summary of method

X1.2.1 Optionally, add one to two drops of red oil-soluble dye on top of the oil layer. Continue as per procedure. The oil layer will be red, the emulsion layer will be pink, and the water layer will be clear. Report as per procedure.

#### X1.3 Apparatus

X1.3.1 General Purpose Polyethylene or Glass Transfer Pipet with Fine or Regular Sized Tip—To be used for adding the dye.

#### X1.4 Reagents

X1.4.1 Dye<sup>6</sup>—2.5% liquid oil-soluble red dye (42% "C.I. solvent red 164" in 58% petroleum hydrocarbon) in 97,5% additive-less 110N diluent oil.

<sup>6</sup> The sole source of supply of the pre-blended dye known to the committee at this time is trademarked and coded UNISOL Liquid RED2640, United Color Manufacturing, Inc., 660 Newtown Yardley Rd., # 205, Newtown, PA 18940, [www.unitedcolor.com](http://www.unitedcolor.com). If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.



## X1.5 Prosedur

X1.5.1 Ikuti Prosedur Metode Uji D1401. Setelah penambahan minyak lumas, dapat ditambahkan satu sampai dua tetes pewarna (sekitar 0,02 g sampai 0,05 g) menggunakan pipet biasa ke atas lapisan minyak untuk membantu membedakan lapisan. Lanjutkan sesuai prosedur. Merujuk ke Laporan Penelitian RR: D02-1745 untuk studi yang menjadi latar belakang penggunaan pewarna.<sup>7</sup>

## X1.6 Pelaporan

X1.6.1 Jika pewarna telah digunakan, perhatikan keterangan ini.

## X1.7 Presisi dan bias

X1.7.1 Pewarna merah tidak digunakan dalam ILS untuk laporan presisi yang dirinci dalam RR: D02-1.665.<sup>5</sup>

### Ringkasan perubahan

Sub-komite D02.C0.02 telah mengidentifikasi lokasi perubahan yang dipilih untuk standar ini sejak standar terakhir (D1401-10) yang dapat berpengaruh terhadap penggunaan standar ini.

- (1) Penambahan Lampiran X.1.
- (2) Penambahan laporan penelitian terbaru.

## X1.5 Procedure

X1.5.1 Follow the current Test Method D1401 procedure. After the oil addition, optionally add one to two drops (approximately 0,02 g to 0,05 g) of the dye using a general purpose pipet on top of the oil layer to help with differentiating the layers. Continue as per procedure. Please refer to Research Report RR:D02-1745 for the background study on the dye.<sup>7</sup>

## X1.6 Report

X1.6.1 If the dye was used, note this in remarks.

## X1.7 Precision and bias

X1.7.1 The red dye was not used in the ILS for the precision statement detailed in RR:D02-1665.<sup>5</sup>

### Summary of changes

Subcommittee D02.C0.02 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D1401-10) that may impact the use of this standard.

- (1) Added Appendix X.1.
- (2) Added new research report.

<sup>7</sup> Data pendukung telah diajukan di ASTM International Headquarters dan dapat diperoleh dengan meminta Laporan Penelitian RR: D02-1745.

<sup>7</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D02-1745.